

## Entregable E4.1. Selección de biocidas para ensayos antimicrobianos preparados en forma de nanopartículas y microcápsulas.

<b>EXPEDIENTE</b>	IMDECA/2016/4
<b>ACRÓNIMO</b>	ANTIMICROBIAL
<b>PROGRAMA</b>	PROYECTOS DE I + D EN COLABORACIÓN
<b>TÍTULO DEL PROYECTO</b>	<b>ESTRATEGIAS BIOTECNOLÓGICAS PARA LA EVALUACIÓN DE NUEVOS AGENTES, PRODUCTOS Y MATERIALES CON ACTIVIDAD ANTIMICROBIANA.</b>

## ÍNDICE

- |    |  |   |
|----|--|---|
| 1. | Descripción del entregable                         | 3 |
| 2. | Selección de biocidas para ensayos antimicrobianos | 3 |

## **1. Descripción del entregable**

En este entregable se ha preparado una lista de los agentes antimicrobianos seleccionados para la ejecución del proyecto.

## **2. Selección de biocidas para ensayos antimicrobianos:**

Los agentes antimicrobianos seleccionados son principalmente de dos tipos: microcápsulas y nanopartículas:

**1. Microcápsulas:** Dentro de las microcápsulas destacamos las siguientes:

- MF Limón
- MF Arbol del Te
- MF Eucalipto
- Gelatina Limoneno
- Gelatina Árbol del Te

**2. Nanopartículas:** Dentro de las nanopartículas destacamos las siguientes:

- AuNPs
- Au@SiO<sub>2</sub>
- Ag@SiO<sub>2</sub> 93/15
- Ag@SiO<sub>2</sub> 87/16
- Óxido de Zn modificadas con sílice MD11Si500
- Óxido de Zn modificadas con sílice MD20Si500

Para llevar a cabo la síntesis de dichos agentes, se han empleado los siguientes reactivos:

- Microencapsulación *in situ*:
  - Polímero melamina-formaldehído
    - melamina
    - formaldehído
  - Aromas: limón, árbol del té, eucalipto
  - Emulsionante: docecil sulfato de sodio (SDS)
- Microencapsulación coacervación compleja:
  - Gelatina
  - Carboximetil celulosa de sodio
  - Glutaraldehido
  - Acido acetico y hidroxido de sodio

- Síntesis nanopartículas oro AuNPs:
  - Precursor  $\text{HAuCl}_4$
  - Extracto vegetal
  - Polietilenimina (PEI)
  
- Síntesis composite  $\text{Au@SiO}_2$ 
  - AuNPs previamente sintetizadas
  - Tetraetoxisilano (TEOS)
  - Catalizador (arginina ARG)
  - Etanol
  
- Síntesis nanopartículas ZnO modificadas con  $\text{SiO}_2$  mediante sol-gel
  - Bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB)
  - Acetato de zinc
  - Tetraetilortosilicato (TEOS)
  - Hidróxido potásico
  
- Síntesis nanopartículas ZnO modificadas con  $\text{SiO}_2$  mediante precipitación directa
  - Nitrato de zinc
  - Tetraetilortosilicato (TEOS)
  - Hidróxido potásico
  
- Síntesis nanocompuestos de  $\text{Ag@SiO}_2$  93/15
  - AgNPs previamente sintetizadas con extracto vegetal
  - Tetraetoxisilano (TEOS)
  - Catalizador ( $\text{NH}_3$ )
  - 3-Aminopropiltriethoxisilano - APTS
  - Etanol
  
- Síntesis nanocompuestos de  $\text{Ag@SiO}_2$  87/16
  - $\text{AgNO}_3$
  - $\text{NaHB}_4$
  - Tetraetoxisilano (TEOS)
  - Catalizador ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )
  - 3-Aminopropiltriethoxisilano - APTS
  - Etanol

A continuación, se detallan los diferentes métodos de síntesis mencionados anteriormente:

### 1. Síntesis de microcápsulas polimerización *in situ*.

1.1. Síntesis prepolímero de melamina-formaldehído: Se dejan reaccionar los reactivos durante 1 h a 70°C.

1.2. Síntesis microcápsulas: Sobre la emulsión de tipo O/W que contiene el principio activo y el emulsionante se deposita el prepolímero. Se deja reaccionar hasta completa reticulación de la resina.

### 2. Síntesis microcápsulas mediante coacervación compleja.

Se trata de un proceso de separación de fases que tiene lugar espontáneamente cuando en un medio acuoso, dos o más coloides de cargas opuestas (un polianión y un polication) se mezclan en presencia de una dispersión del principio activo. Concretamente, se ha utilizado una proteína y un polisacárido, gelatina y carboximetilcelulosa (CMC). La coacervación se ha inducido mediante disminución del pH.

### 3. Síntesis de AuNPs

Sobre la disolución del precursor  $\text{HAuCl}_4$ , se añade el extracto vegetal con actividad reductora y el estabilizante. Se aplican ultrasonidos para acelerar la reacción y producir las nanopartículas de oro.

### 4. Síntesis de Au@SiO<sub>2</sub>

Se prepara el soporte de SiO<sub>2</sub> mezclando etanol, catalizador y el TEOS. Una vez obtenido el precipitado de sílice se añaden las AuNPs y se deja reaccionar para que se fijen en la superficie de la sílice. Finalmente se lavan y se secan para obtener el producto en polvo.

### 5. Síntesis de Ag@SiO<sub>2</sub>.

Se han preparado partículas de Ag modificadas con SiO<sub>2</sub>. Para ello, se han utilizado dos procedimientos diferentes. En el caso de Ag@SiO<sub>2</sub> 93/16, inicialmente se prepararon las nanopartículas de plata utilizando un extracto vegetal como reductor/estabilizante y a continuación estas se añadieron durante la síntesis de nanoesferas de SiO<sub>2</sub> utilizando TEOS como precursor y amoniaco como catalizador. En el caso de Ag@SiO<sub>2</sub> 87/16 se prepararon inicialmente las nanoesferas de sílice y, una vez obtenidas y lavadas, se formaron las nanopartículas de plata incorporando el precursor y borhidruro de sodio como agente reductor.

### 6. Síntesis nanopartículas ZnO

Se han preparado partículas de ZnO modificadas con SiO<sub>2</sub>. Para ello, se han utilizado dos procedimientos diferentes: proceso sol-gel con acetato de zinc como precursor del ZnO (Referencia MD11Si-500) y precipitación directa con nitrato de zinc como precursor (Referencia MD20Si-500). Finalmente se centrifuga y lava 2 veces. Calcinación a 500° C, durante 1 h. Producto en polvo.